

DERWENT-ACC-NO: 1977-61696Y

DERWENT-WEEK: 197735

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Surface treatment of glass panel
barrier for liquid crystals - by depositing titanium
oxide film by decomposing coated organic titanate

PATENT-ASSIGNEE: SUWA SEIKOSHA KK[SUWA]

PRIORITY-DATA: 1976JP-0001046 (January 6, 1976)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PAGES	PUB-DATE	
LANGUAGE		MAIN-IPC	
JP 52084214 A		July 13, 1977	N/A
000	N/A		

INT-CL (IPC): C03C017/22

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 52084214A

BASIC-ABSTRACT:

Surface of glass panel for the use of liq. crystal is covered with titanium oxide film formed by hydrolysis or by pyrolysis of coated organic titanate cpd. opt. mixed with other organic metal cpds.

Used as barrier layer preventing elution of alkali metals glass into liquid crystal. Chemical and physical stability in assembly of liq. crystal panel, and electrochemical stability of electrode in electric field are increased. Materials are inexpensive and processes are simple.

The organic Ti used include alkyl Ti complexes, Ti acylate, Ti chelate,

alkyl-titanate, alkoxytitanium, etc., or mixt. of these and are coated by dipping, spraying, brushing or gas-spraying, opt. with surfactant. Combined use with other metallic organic cpds. (e.g. Al, Si, B-cpds.) is possible. Pryolysis of these cpds. is carried out at 300-600 degrees C (pref. 450-550 degrees C).

DERWENT-CLASS: E32 L01 L03

CPI-CODES: E35-K; L01-G04; L03-G05;

⑨日本国特許庁

⑪特許出願公開

公開特許公報

昭52—84214

⑤Int. Cl.².
C 03 C 17/22

識別記号

⑥日本分類
21 B 3

庁内整理番号
7106—41

④公開 昭和52年(1977)7月13日

発明の数 2
審査請求 未請求

(全 3 頁)

④液晶用パネルガラス表面処理方法

①特 願 昭51—1046

②出 願 昭51(1976)1月6日

⑦発 明 者 宮沢要

諏訪市大和3丁目3番5号株式

会社諏訪精工舎内

⑧出 願 人 株式会社諏訪精工舎

東京都中央区銀座4丁目3番4
号

⑨代 理 人 弁理士 最上務

明 細 書

発明の名称

液晶用パネルガラス表面処理方法

特許請求の範囲

1. 液晶用パネルガラスの表面に、有機物とチタンから成る化合物すなわち有機チタネートの加水分解や熱分解等のクラッキング反応によつて無機性の酸化チタン皮膜を施すことを特徴とした液晶用パネルガラス表面処理方法。

2. 液晶用パネルガラスの表面に有機チタネートと他の有機金属化合物とを混合し、クラッキングさせることによつてガラス質の皮膜をコーティングすることを特徴とする液晶用パネルガラス表面処理方法。

発明の詳細な説明

本発明は液晶用パネルガラスの表面処理に関するもので、有機チタネートのクラッキングで皮膜を形成することによつて、物理的、化学的性質が

優れた無機性被膜を得ようとするものである。

1つの目的はガラス中からのナトリウム、カリウム等のアルカリ金属の液晶中への溶出を防ぐためのバリアー層の形成である。また別の目的は、 BaO 、 I_2O_5 等の導電性透明電極の表面に被膜を形成することによつて、液晶パネル組み立て工程での物理的、化学的又は熱的な安定性を増加させると共に、電場駆動下における電極の電気化学的な安定性を増すことにある。

従来、液晶パネルガラスにはアルカリ性金属を含まないホウケイ酸系ガラスが用いられてきたが、ソーダガラスに比して高価なこと及び加工（特に平面加工）が非常に困難であること等、問題が多かつた。また一万ソーダガラスを液晶用パネルガラスに用いた場合にはナトリウム、カリウム等が液晶中に溶出し、液晶の配向性を乱すといった重要な欠点をもつていた。ソーダガラスのアルカリ金属溶出防止対策として、 BaO のスパッタ、CVD等をはじめとする物理化学的方法がとられてきた。また1万金属アルコラートからの BaO を、加

水分解によつて得ようとする試みがなされてきた。前者においては装置を用いた作業であり、チャージに時間がかかりコストアップにつながつた。

1万後者においては、シリコンのアルコールが高価であること、また加水分解速度が非常に制御しにくい等の多くの問題をかかえていた。

本発明にあげた有機チタネートのクラツキングによつて得られた被膜は、要求される物理的、化学的特性が十分に満足されるばかりでなく、非常に安価で作業工程が簡単であるという大きな利点を持つている。

本発明に含まれる有機チタネートには、アルキルチタニウム、チタニウム-チーニウム錯体、チタニウムアシレート、チタニウムキレート、アルキルチタネート、チタニウム-チーニウム錯体、アルコキシチタニウム、複合チタネート等が含まれる。有機チタネートのガラス表面への塗布方法としては、ディッピング、スプレー、ハケ等による塗布ガス化してのガスブレイ、スピンナーによる塗布等が含まれる。

特許請求の範囲2に示したように、 B_2O_3 等を酸化チタン膜に含ませると、融点が下がり焼き付け温度を400℃以下にすることができる。 B_2O_3 はボロンメチレート、ボロンエチレート、ボロンブチレート等のアルコオキサイドが知られており、1種又は2種以上の有機チタネートと混合し、塗布し、クラツキングすることにより、 TiO_2 、 B_2O_3 無機被膜を得ることができる。

以下実施例に従つて説明する。

実施例-1

チタンのキレート化合物であるジイソプロポキシチタンビスアセチルアセトネートを、イソプロピルアルコールに希釈し、1%濃度とし液晶用ソーダガラスをディッピング後、約0.1 $\mu m/min$ の低速で引きあげ120℃の恒温槽で10 μm 間乾燥後、電気炉で500℃10 μm の焼き付けを行なつた。無色透明な酸化チタン皮膜が形成された。厚さは約400Åと思われる。100℃の沸騰水で H^+ 、 K^+ の溶出試験を行なつたところ、ソーダガラスに比してその量は1/10000以下であつた。こ

有機チタネートは1種又は2種以上の溶媒で、1/10倍から1/1000倍程度に希釈して用いられる。またガラスとのぬれを良くするために、界面活性剤を含むこともある溶媒の種類は、クラツキングの速度に関係するものであり、非常に重要なものである。各種低級アルコール、芳香族、エステル類の1種又は2種以上の混合物が、ガラスへ有機チタネートを塗布するには適当である。ガラス表面との親和性が良く、クラツキング速度が比較的遅いためである。

クラツキングの条件は一般には熱クラツキングが用いられ、300℃以上500℃以下でなされる。ガラス表面に形成された酸化チタン皮膜のビシホールカタサ等の性質を考慮すると、450～550℃が適当である。温度が高いなどクラツキング時間は少なくてすむ。有機チタネートは必ずしも1種類だけで用いる必要はなく、2種類以上を混合して用いることもある。また有機チタネートだけで用いるだけでなく、他の B_2O_3 、 As_2O_3 等の有機金属化合物と混合して用いることができる。特に特

の皮膜上に B_2O_3 を蒸着し、所定のパターンに電極を形成した後、前記と同じ工程で B_2O_3 透明電極上に、無機酸化チタン皮膜を形成した。このようなパネルガラスを2枚組み合わせ、商品用セルとし中に液晶を封入した。60℃でエイジングを行なつたところ、ソーダガラスから成るセルに比して、このようなガラスから成るセルは100倍以上の寿命の向上がみられた。

図1はこのような皮膜を形成した液晶用セルの構造を示す。図1において①はソーダガラス、②は TiO_2 皮膜、③はスペーサーでポリエステルを熱圧着して2枚のガラス間隔を9 μm に保つてある。④は液晶でT γ タイプに液晶を封入してある。⑤は B_2O_3 ネサ透明電極である。⑥はネサ膜をコートした TiO_2 皮膜である。

実施例-2

チタンのアルコールであるチタンブチレート10 μm 、ボロンブチレート5 μm を混合し、エチルアルコール50 μm に溶解した。液晶用ソーダガラス上に実施例1に示した手段で皮膜を形成した。約3

50℃で10分間の焼き付けを行なった。液晶封入後における寿命は、チタンキレートの場合と同等であつた。

以上実施例をあけて説明したが、各種有機チタネートの誘導体も本発明に含まれる。

図面の簡単な説明

図1は本発明による液晶用セル構造を示す図である。

以上 代理人 最 上 務

図 1

